

# ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE Bureau international



#### DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets <sup>6</sup>:

B01J 19/08

A1

(11) Numéro de publication internationale: WO 96/16731

(43) Date de publication internationale: 6 juin 1996 (06.06.96)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR95/01592

(22) Date de dépôt international: ler décembre 1995 (01.12.95)

(30) Données relatives à la priorité:
94/14525 2 décembre 1994 (02.12.94) FR

(71)(72) Déposants et Inventeurs: REY, Pierre [FR/FR]; 18, rue Aristide-Briand, F-77400 Thorigny-sur-Mame (FR). CANTAN, Robert [FR/FR]; 18, rue Aristide-Briand, F-77400 Thorigny-sur-Mame (FR). SAMBOR, Olivier [FR/FR]; Péniche Cory, Ecluse du Chatelier, F-22100 Saint-Samson-sur-Rance (FR). FILIPPOV, Victor [RU/RU]; Chaussée Kachirskoie, Moscou, 92-2-338 (RU). DOBRINKI, Edouard [RU/RU]; Rue Sacco et Vanzetti, Saratov, 62-14 (RU). LENSKAYA, Galina [RU/RU]; Riasanskii Prospekt, Moscou, 20-3-5 (RU). SOLOVIOV, Vadim [RU/RU]; Rue Tchobotovskaia, Moscou, 1-76 (RU).

(74) Mandataires: HURWIC, Alexandre etc.; Cabinet Ores S.A., 6, avenue de Messine, F-75008 Paris (FR).

(81) Etats désignés: AM, AT, AU, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LK, LR, LT, LU, LV, MD, MG, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TT, UA, UG, US, UZ, VN, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG), brevet ARIPO (KE, LS, MW, SD, SZ, UG).

Publiée

Avec rapport de recherche internationale. Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.

(54) Title: PROCESS FOR FABRICATING FINE OR ULTRAFINE PARTICLES, AND REACTOR FOR THE PRODUCTION OF SAID PARTICLES.

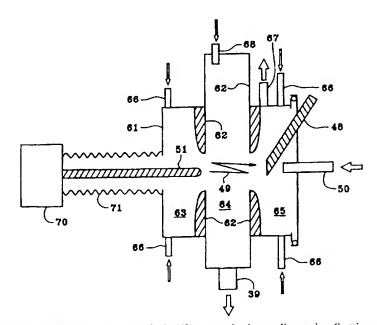
(54) Titre: PROCEDE DE FABRICATION DE PARTICULES FINES OU ULTRAFINES ET REACTEUR POUR LA PRODUCTION DE TELLES PARTICULES

#### (57) Abstract

The present invention relates particularly to a process for producing fine or ultrafine particles, particularly metal particles, and to a reactor for the production of said particles. The main object of the invention is a reactor for the production of fine or ultrafine particles comprising a scaled housing provided with an anode (51) and a cathode (48) connected to an electric supply in order to form a plasma, and an inert gas source (66) arriving into the housing, characterized in that the reactor is further provided with two diaphragms (62) arranged in the housing between the anode (51) and the cathode (48) limiting the extent of the plasma, and in that an opening is provided in each diaphragm, the electrodes (48, 51) and said openings being aligned.

#### (57) Abrégé

La présente invention se rapporte principalement à un procédé de fabrication de particules fines ou ultrafines, notamment métalliques, et à un réacteur pour la production de telles particules. L'invention a principalement pour objet un réacteur pour la production de particules fines



ou ultrafines comportant une enceinte étanche comprenant une anode (51) et une cathode (48) connectées à une alimentation électrique permettant la formation d'un plasma et une source de gaz inertes (66) débouchant dans l'enceinte, caractérisé en ce qu'il comporte en outre deux diaphragmes (62) disposés dans l'enceinte entre l'anode (51) et la cathode (48) limitant l'étendue du plasma, et en ce qu'une ouverture est pratiquée dans chaque diaphragme, les électrodes (48, 51) et lesdites ouvertures étant alignées.

### UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malswi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	Œ	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	ſΤ	Italie	PL	Pologne
BR	Brésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique	SD	Soudan
CG	Congo		de Corée	SE	Suède
СН	Suisse	KR	République de Corée	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kazakhstan	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	u	Liechtenstein	SN	Sénégal
CN	Chine	LK	Sri Lanka	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LU	Luxembourg	TG	Togo
CZ	République tchèque	LV	Lettonie	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MC	Monaco	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MD	République de Moldova	UA	Ukraine
ES	Espagne	MG	Madagascar	US	Etats-Unis d'Amérique
Fl	Finlande	ML	Mali	U2	Ouzbékistan
FR	France	MN	Mongolie	VN	Viet Nam
GA	Gabon				

PCT/FR95/01592

10

15

20

1

# PROCEDE DE FABRICATION DE PARTICULES FINES OU ULTRAFINES ET REACTEUR POUR LA PRODUCTION DE TELLES PARTICULES

La présente invention se rapporte principalement à un procédé de fabrication de particules fines ou ultrafines, notamment métalliques, et à un réacteur pour la production de telles particules.

Il est connu de fabriquer une poudre métallique par traitement mécanique d'une pièce ainsi que par des procédés chimiques. Toutefois, ces méthodes ne permettent pas d'obtenir des poudres fines ou ultrafines.

En outre, la forme des particules obtenues est très variable et irrégulière.

C'est par conséquent un des buts de la présente invention d'offrir un procédé de fabrication de particules fines ou ultrafines et d'obtenir de façon constante des formes régulières.

C'est également un but de la présente invention d'offrir un procédé permettant de conférer aux particules obtenues des propriétés physiques ou chimiques désirées. C'est notamment le but de la présente invention d'offrir des particules ultrafines, hydrophiles, hydrophobes, paramagnétiques ou non, pouvant avoir des propriétés catalytiques et ces particules peuvent être selon les cas adsorbantes ou absorbantes.

L'invention a principalement pour objet un procédé de fabrication d'une poudre de particules ultrafines comportant les étapes consistant à :

- disposer dans un four à plasma comportant une enceinte 25 étanche une anode métallique de préférence vaporisable, et une cathode ;
  - introduire dans l'enceinte un gaz inerte ;
  - établir un arc électrique avec formation de plasma entre la cathode et l'anode ;
- recueillir des particules ultrafines obtenues lors du
   refroidissement des vapeurs quittant le plasma formé entre la cathode et l'anode.

caractérisé par l'introduction ou formation à partir de l'anode d'éléments entrant dans la composition des particules et vaporisation et/ou sublimation dans le plasma de ces éléments, et en ce qu'on crée un flux tourbillonnaire de gaz inerte dans l'enceinte et en ce que l'enceinte comporte deux diaphragmes comprenant des ouvertures alignées sur un axe reliant l'anode à la cathode, ces diaphragmes délimitant une chambre de réception de l'anode, une chambre de réaction et une chambre de réception de la cathode.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'injection à au moins un point d'un gaz inerte créant dans les chambres un flux tourbillonnaire et une étape d'évacuation par une canalisation du gaz inerte emportant pneumatiquement les particules fines et/ou ultrafines.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'ouverture d'une canalisation disposée dans l'enceinte de manière à favoriser l'évacuation de l'enceinte de grosses particules indésirables.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à introduire dans l'enceinte un produit organique permettant la formation de particules métallocarbonées notamment ferrocarbonées par transcondensation de la matière devant constituer la base des particules à obtenir et du produit organique lors du refroidissement du produit de transcondensation lorsqu'il quitte le plasma.

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce que le produit organique est un hydrocarbure, notamment de l'essence.

20

L'invention a également pour objet un procédé, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'apport pneumatique dans le plasma de poudres de matières devant former les particules fines ou ultrafines.

L'invention a également pour objet un réacteur pour la production de particules fines ou ultrafines comportant une enceinte étanche comprenant une anode et une cathode connectées à une alimentation électrique permettant la formation d'un plasma et une source de gaz inertes débouchant dans l'enceinte, caractérisé en ce qu'il comporte en outre deux diaphragmes disposés dans l'enceinte entre l'anode et la cathode limitant l'étendue du plasma, et en ce qu'une ouverture est pratiquée dans chaque diaphragme, les électrodes et lesdites ouvertures étant alignées.

L'invention a également pour objet un réacteur, caractérisé en ce que l'anode est une anode vaporisable et en ce qu'il comporte des moyens de déplacement de l'anode au fur et à mesure de sa sublimation afin de conserver un écart constant entre les électrodes ainsi que de rotation de l'anode autour de son axe empêchant l'écoulement indésirable de la matière constituant l'anode.

L'invention a également pour objet un réacteur, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens d'alimentation de l'enceinte en hydrocarbure.

L'invention a également pour objet un réacteur, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens d'alimentation pneumatique de l'enceinte en poudres destinées à former les particules fines ou ultrafines.

L'invention sera mieux comprise au moyen de la description ci-après et des figures annexées données comme des exemples non limitatifs et sur lesquelles :

 la figure 1 est un synoptique général d'une installation selon la présente invention de production des particules,

- la figure 2 est un schéma de l'exemple préféré de réalisation d'un réacteur de l'installation de la figure 1.

Sur les figures 1 et 2, on a utilisé les mêmes références pour désigner les mêmes éléments.

Sur les figures 1 et 2, on peut voir une installation de production de particules ultrafines selon la présente invention.

L'installation selon l'invention permet de produire une grande variété de particules. Parmi les paramètres que l'on peut faire varier, on choisit tout d'abord le matériau que l'on introduit dans le réacteur. D'excellents résultats ont pu être obtenus notamment avec du fer.

Les particules fines et ultrafines sont normalement hydrophiles. Toutefois, une introduction éventuelle d'hydrocarbure ou de produit hydrocarboné dans le réacteur, peut modifier les caractéristiques des particules et principalement les rendre hydrophobes. De plus, le procédé permet d'obtenir de manière constante des particules de forme régulière.

De telles particules sont obtenues selon le cas par condensation brutale de vapeur, notamment métallique, ou par transcondensation d'un matériau et d'un produit organique.

Le dispositif selon l'invention comporte un four à plasma dans

l'enceinte duquel deux diaphragmes munis d'ouvertures alignées avec les extrémités des électrodes limitent l'étendue du plasma et, partant, créent autour du plasma une zone concentrique beaucoup plus froide.

Avantageusement, la géométrie du réacteur et des moyens d'injection d'un gaz neutre favorisent la création d'écoulement tourbillonnaire assurant la circulation d'éléments du ou des matériaux destinés à former les particules ultrafines. Ce ou ces matériaux à l'état gazeux dans le plasma subissent un

WO 96/16731 PCT/FR95/01592

4

changement de phases brutales lorsqu'il(s) est(sont) entraîné(s) par l'écoulement tourbillonnaire dans la région froide du réacteur. Il en résulte une condensation et/ou une solidification des particules ultrafines ou, en présence d'un composé organique, la transcondensation des vapeurs de ces matériaux avec les vapeurs du composé organique.

Avantageusement, les particules sont passivées pour assurer leur stabilité et ainsi éviter les risques d'incendie.

La taille des particules obtenues dépend des conditions de température, des vitesses de refroidissement et des vitesses de circulation de gaz dans le réacteur. De plus, on peut, en sortie du réacteur, trier ou sélectionner les particules en fonction de leur taille. On a, par exemple, obtenu des particules ferrocarbonées de forme sphérique ayant un diamètre moyen compris entre 10.10-3 et 50.10-3 μm dans une échelle de sélection de plus ou moins 2,5.10-3 μm.

L'installation de la figure 1 comporte un réacteur 35 du type four à plasma avec une chambre de réaction 64, une alimentation électrique 36, une alimentation 37 en gaz inerte, par exemple en argon ou en azote, et si nécessaire une alimentation en produit organique, notamment en hydrocarbure, par exemple en essence.

15

20

25

35

Dans un premier exemple de réalisation, le dispositif d'alimentation en hydrocarbure comporte un jeu de vannes 38c et un débitmètre 38d insufflant le gaz neutre dans un mélangeur 38e, par exemple par barbotage. Le gaz saturé en hydrocarbure dans le mélangeur 38e est injecté dans le réacteur 35.

Dans une variante de réalisation, l'hydrocarbure liquide contenu dans un récipient 38g est directement injecté dans le réacteur 35 par l'intermédiaire d'une pompe 38f.

Le dispositif comporte également des moyens de réception de particules 39, des moyens 40 de refroidissement de particules, des moyens 41 à 43 de sélection granulométrique des particules de poudre, des moyens 44 de réception des grosses particules, des moyens 45 et 46 de réception des particules fines et ultrafines, des moyens 47 d'évacuation et/ou d'élimination des gaz de réaction et, avantageusement, des moyens pneumatiques 48 d'alimentation en métal du réacteur 35.

L'alimentation électrique 36 fournit un courant électrique unidirectionnel permettant la formation dans le réacteur 35 d'un arc électrique

30

(par exemple 100 à 150 V ou plus) symbolisé sur la figure 2 par la flèche 49 entre une anode 51 et une cathode 48. Le dispositif d'alimentation en gaz inerte comporte une source de gaz sous pression alimentant par l'intermédiaire d'un débitmètre 53 et des vannes 54 et 55, le réacteur 35 et 5 par l'intermédiaire d'un débitmètre 56 et des vannes 57 et 58, un réservoir 59 dans lequel sont plongés les moyens 45 et 46 de réception des particules fines et ultrafines afin d'empêcher leur oxydation par l'oxygène de l'air. L'alimentation en hydrocarbure a été décrite précédemment.

Les movens 39 avantageusement disposés dans la partie inférieure de la chambre de réaction 64 recueillent les particules du réacteur 35 entraînée par le gaz inerte. Les moyens de refroidissement 40 comportent, par exemple, un échangeur refroidi par circulation 40a d'un fluide réfrigérant les particules et le gaz inerte à une température inférieure à 70°C.

Les moyens 41 à 43 de sélection granulométrique des 15 particules comportent par exemple trois séparateurs cycloniques mis en série et des filtres à manche. Le premier séparateur 41 assure l'élimination des grosses particules correspondant aux particules n'ayant pas réagi, ainsi qu'aux particules fines amalgamées. Les grosses particules sont recueillies dans les moyens de réception 44.

Les particules de granulométrie désirées sont recueillies dans les moyens de réception 45 et/ou 46.

Les gaz résiduels 47 s'ils sont chargés en vapeur d'hydrocarbure peuvent être éliminés par combustion.

Des moyens 60 mesurent la différence de pression entre les moyens 42 et 43, permettant le contrôle du captage des particules de tailles désirées.

Avec cette installation, nous avons notamment obtenu des d'une taille moyenne de de forme sphérique particules  $17.5.10^{-3} \, \mu \text{m} \pm 2.5.10^{-3} \, \mu \text{m}$ .

Sur la figure 2, on peut voir l'exemple préféré de réalisation du réacteur 35. Le réacteur 35 comporte une enceinte étanche 61 dans laquelle des diaphragmes circulaires 62 délimitent une chambre 63 de réception de l'anode 51, une chambre de réaction 64 et une chambre 65 de réception de la cathode 48. Les chambres 63 à 65 communiquent par des ouvertures alignées dans les diaphragmes 62. Avantageusement, comme illustré sur la figure 2, les extrémités des électrodes 48 et 51, entre lesquelles

s'établit l'arc 49, sont alignées avec les ouvertures pratiquées dans les diaphragmes 62. Des conduites 66 d'alimentation en gaz inerte débouchent dans les chambres 63 et 65.

Avantageusement, une conduite 67 permet, grâce à la surpression et à la ventilation cyclonique créées par l'injection du gaz inerte, une sélection des particules les plus grosses considérées indésirables.

Une conduite 68 d'alimentation en hydrocarbure débouche dans la chambre de réaction 64. Une ouverture 39 pratiquée dans la partie basse de la chambre de réaction 64 permet de recueillir les particules traitées. Avantageusement, une conduite des moyens 50 d'alimentation en poudres débouche dans la chambre 65 à proximité de la cathode 48. Avantageusement, des moyens motorisés 70 assurent l'avancement et la rotation de la cathode 51 au fur et à mesure de sa sublimation. Un soufflet 71 assure l'étanchéité de l'enceinte du réacteur 35.

Le ou les matériaux destiné(s) à former les particules fines ou ultrafines peuvent être apportées par sublimation d'une cathode et/ou par injection pneumatique de poudres dans le réacteur 35.

La cathode actionnée d'un mouvement longitudinal de déplacement par des moyens mécaniques permet de garder constant l'écart entre l'anode et la cathode au fur et à mesure de la sublimation de ladite cathode.

Afin de maintenir constante la forme de l'extrémité de la cathode, un mouvement rotatif axial lui est imprimé. Ceci présente aussi l'avantage d'éviter tous points de surchauffe et d'écoulement de la matière constituant l'anode.

Dans ce cas, le barreau anodique est constitué de la matière que l'on veut sublimer pour obtenir des particules fines ou ultrafines.

On peut également injecter automatiquement dans le réacteur 35, par la canalisation 50, une poudre d'une matière destinée à former les particules fines ou ultrafines. Cette injection peut compléter ou remplacer l'apport de matière par l'anode 51.

L'on peut dans ce cas, par exemple, utiliser l'anode en tungstène.

Nous allons maintenant expliquer un exemple de fonctionnement du réacteur 35 selon la présente invention.

PCT/FR95/01592

On met en place une anode 51 vaporisable, on injecte le gaz inerte, par exemple de l'argon, par les conduites 66, de l'hydrocarbure, par exemple de l'essence ou d'autres réactifs éventuels par la conduite 68, et des particules métalliques par la conduite des moyens d'alimentation 50. On assure le refroidissement du réacteur 35 par circulation de l'eau 40a.

On crée à l'aide d'un générateur un arc électrique 49 entre l'anode 51 et la cathode 48. Le plasma formé par l'arc 49 est canalisé par les diaphragmes 62. Le plasma de l'arc assure, d'une part, la sublimation de l'anode vaporisable 51, et porte la poudre provenant des moyens d'alimentation 50 à haute température. Il est extrêmement important d'éviter la fusion de l'extrémité de l'anode vaporisable 51, qui en coulant pourrait endommager le réacteur 35. On peut influer sur les apports en produit par la quantité de poudres injectées.

Dans la chambre de condensation règne au niveau du plasma une température extrêmement élevée comprise par exemple entre 5 000 et 6000 K dans lequel les particules de l'anode sublimée ou la poudre de matière injectée transitent. Elles sont portées à très haute température et entraînées en rotation perpendiculairement à l'axe du plasma. Elles sont projetées par la force centrifuge vers la périphérie de la chambre de condensation 64 contenant des vapeurs hydrocarbonées. La rencontre des deux produits provoque en réaction la formation de particules hydrophobes dans le cas de l'exemple décrit.

On assiste alors à une transcondensation avec formation de particules fines ou ultrafines. Ces particules sont évacuées par l'ouverture 39 avant d'être à nouveau refroidies et sélectionnées. Les dimensions des particules obtenues dépendent de la vitesse de refroidissement du mélange gaz/vapeur lors de la sortie de l'arc 49 et de sa concentration éventuelle en vapeurs organiques dans le gaz inerte. La composition de cette vapeur est ajustée en fonction des produits à traiter par réglage des paramètres électriques de l'arc, notamment de l'intensité du courant unidirectionnel et du débit des produits par conduites 50 et 68.

L'enceinte du réacteur 35 est réalisée dans des matériaux supportant les hautes températures, comme par exemple en tungstène, en acier réfractaire, alumine, etc...

Les diaphragmes peuvent être réalisés, par exemple, en matériau non conducteur supportant les hautes températures, comme en vitro-céramique, quartz, alumine, etc...

Il est bien entendu que l'on peut fabriquer sans sortir du cadre de la présente invention des particules produits autres que le fer, comme par exemple le cuivre, le nickel ou l'aluminium, etc... De même, on peut également produire des particules fines ou ultrafines non métalliques, par exemple en carbone ou en silicium. De même, des poudres en matériau non conducteur, notamment en céramique, peuvent être introduites dans le réacteur 35 par la conduite 50.

Il est bien entendu que l'on peut injecter dans le réacteur 35 d'autres produits organiques, comme par exemple du tétrachlorure de carbone, du trichloréthylène, ou des savons.

Des essais positifs ont été obtenus avec un réacteur 35 cylindrique ayant un volume intérieur de 30 litres dissipant une puissance électrique de 40 kW. La production de particules fines ou ultrafines augmente avec la puissance électrique absorbée et/ou avec le volume interne du réacteur 35. De même, on peut mettre en parallèle plusieurs réacteurs.

30

PCT/FR95/01592

#### REVENDICATIONS

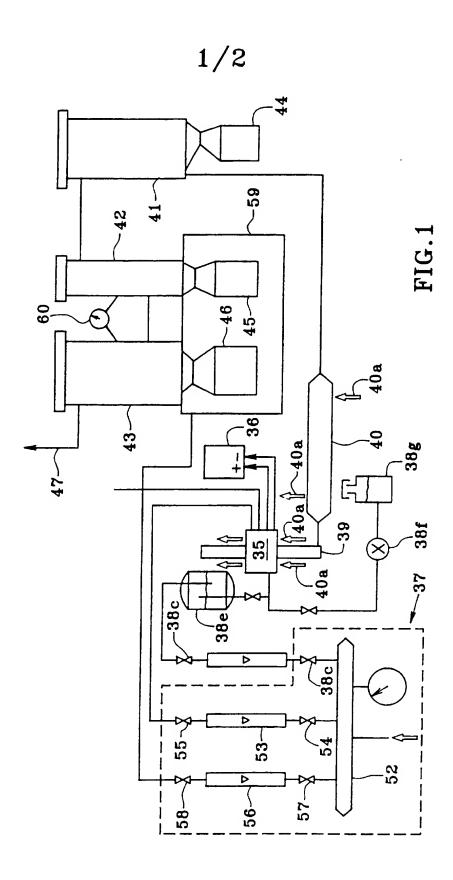
1. Procédé de fabrication d'une poudre de particules ultrafines comportant les étapes consistant à :

- disposer dans un four à plasma comportant une enceinte 5 étanche une anode métallique (51) de préférence vaporisable, et une cathode (48):
  - introduire dans l'enceinte (61) un gaz inerte ;
  - établir un arc électrique (49) avec formation de plasma entre la cathode (48) et l'anode (51);
  - recueillir des particules ultrafines obtenues lors du refroidissement des vapeurs quittant le plasma formé entre la cathode (48) et l'anode (51),

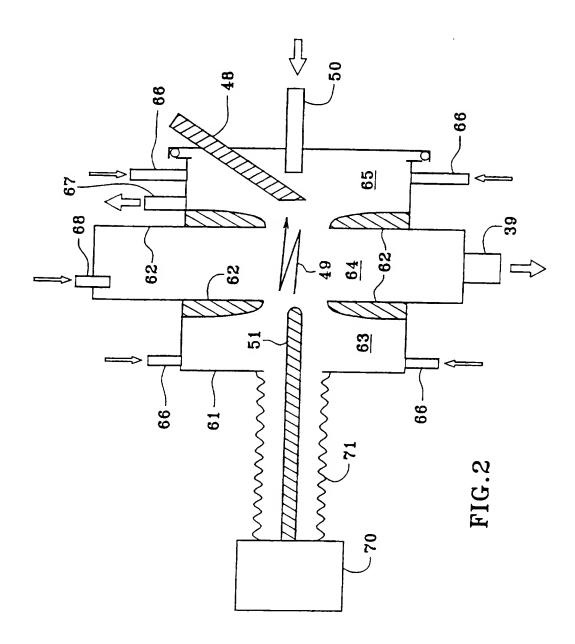
caractérisé par l'introduction ou formation à partir de l'anode d'éléments entrant dans la composition des particules et vaporisation et/ou sublimation 15 dans le plasma de ces éléments, et en ce qu'on crée un flux tourbillonnaire de gaz inerte dans l'enceinte et en ce que l'enceinte comporte deux diaphragmes (62) comprenant des ouvertures alignées sur un axe reliant l'anode (51) à la cathode (48), ces diaphragmes délimitant une chambre (63) de réception de l'anode (51), une chambre de réaction (64) et une chambre 20 (65) de réception de la cathode (48).

- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'injection à au moins un point d'un gaz inerte (66) créant dans les chambres (63, 64, 65) un flux tourbillonnaire et une étape d'évacuation par une canalisation (39) du gaz inerte emportant 25 pneumatiquement les particules fines et/ou ultrafines.
  - 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'ouverture d'une canalisation (67) disposée dans l'enceinte de manière à favoriser l'évacuation de l'enceinte de grosses particules indésirables.
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il comporte une étape consistant à introduire dans l'enceinte un produit organique permettant la formation de particules métallocarbonées notamment ferrocarbonées par transcondensation de la matière devant constituer la base des particules à obtenir et du produit 35 organique lors du refroidissement du produit de transcondensation lorsqu'il quitte le plasma.

- 5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le produit organique est un hydrocarbure, notamment de l'essence.
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comporte une étape d'apport pneumatique dans le plasma de poudres de matières devant former les particules fines ou ultrafines.
- 7. Réacteur pour la production de particules fines ou ultrafines comportant une enceinte étanche comprenant une anode (51) et une cathode (48) connectées à une alimentation électrique (36) permettant la formation d'un plasma et une source de gaz inertes (53, 66) débouchant dans l'enceinte, caractérisé en ce qu'il comporte en outre deux diaphragmes (62) disposés dans l'enceinte entre l'anode (51) et la cathode (48) limitant l'étendue du plasma, et en ce qu'une ouverture est pratiquée dans chaque diaphragme, les électrodes (48, 51) et les dites ouvertures étant alignées.
  - 8. Réacteur selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'anode (51) est une anode vaporisable et en ce qu'il comporte des moyens (70) de déplacement de l'anode (51) au fur et à mesure de sa sublimation afin de conserver un écart constant entre les électrodes (51, 48) ainsi que de rotation de l'anode (51) autour de son axe empêchant l'écoulement indésirable de la matière constituant l'anode (51).
  - 9. Réacteur selon la revendication 7 ou 8, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens (38, 68) d'alimentation de l'enceinte en hydrocarbure.
- 10. Réacteur selon l'une quelconque des revendications 7, 8 ou 9, caractérisé en ce qu'il comporte des moyens (50) d'alimentation pneumatique de l'enceinte en poudres destinées à former les particules fines ou ultrafines.



2/2



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT Inter nal Application No

PCT/FR 95/01592

			101/1R 33/01332	
A. CLASS IPC 6	SIFICATION OF SUBJECT MATTER B01J19/08			
Accordang	to International Patent Classification (IPC) or to both national o	classification and IPC		
	S SEARCHED			
IPC 6	documentation searched (classification system followed by class B01J B22F	ification symbols)		
Documenta	tion searched other than minimum documentation to the extent	that such documents are inc	uded in the fields searched	
Electronic o	lata base consulted during the international search (name of data	a base and, where practical,	scarch terms used)	
C. DOCUM	IENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the	he relevant passages	Relevant to claim No,	
A	US,A,4 408 971 (V.N.KARINSKY ET October 1983 see column 2, line 45 - column see column 4, line 47 - column see figures 1,2	4, line 11	1-10	
A	EP,A,O 161 563 (HITACHI, LTD.) 1985 see abstract see page 2, line 18 - page 3, l see page 18, line 5 - page 19, see figure 11	ine 21	1-10	
		-/		
X Furth	er documents are listed in the continuation of box C.	X Patent family m	embers are listed in annex.	
'A' docume	regories of cited documents :  Int defining the general state of the art which is not red to be of particular relevance.	or priority date and cited to understand	shed after the international filing date not in conflict with the application but the principle or theory underlying the	
	ocument but published on or after the international	invention  "X" document of particul cannot be considered	lar relevance; the claimed invention d novel or cannot be considered to	
*L' document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or		involve an inventive step when the document is taken alone  'Y' document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such docu- ments, such combination being obvious to a person skilled		
other m "P" document later the	eans at published prior to the international filing date but in the priority date claimed	in the art. *&' document member o		
Date of the a	ctual completion of the international search	Date of mailing of the international search report		
10	April 1996	2	2.04.96	
Name and m.	ailing address of the ISA  European Patent Office, P.B. 5818 Patentiaan 2	Authorized officer		
	Ni 2280 HV Riginijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni, Fax: (+31-70) 340-3016	Stevnsbo	rg, N	



Inter what Application No PCT/FR 95/01592

		PC1/FR 95/01592
	uon) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	FR,A,1 521 720 (DIAMOND ALKALI COMPANY) 19 April 1968 see page 1, left column, paragraph 1 see page 2, right column, last paragraph - page 3, right column, paragraph 1 see figure 1	1
	CH,A,281 749 (ELECTRONIC REDUCTION CORPORATION) 16 July 1952 see the whole document	1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Inte onal Application No PCT/FR 95/01592

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date	
US-A-4408971	11-10-83	NONE			
EP-A-0161563	21-11-85	JP-A- JP-A- JP-C- JP-B- JP-A- US-A-	60228604 60228605 1696387 3055523 60228609 4610718	13-11-85 13-11-85 28-09-92 23-08-91 13-11-85 09-09-86	
FR-A-1521720	24-07-68	BE-A- CH-A- DE-A- GB-A- NL-A-	697052 477905 1667003 1137029 6705166	16-10-67 15-09-69 03-06-71 16-10-67	
 CH-A-281749		NONE			

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Derr · Internationale No
PCT/FR 95/01592

A. CLASSI CIB 6	EMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE B01J19/08						
Selon la cla	usufication internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la class	afication nationale et la CIB					
	INES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·				
Documenta CIB 6	non minimale consultee (systeme de classification nuvi des symboles BOIJ B22F	s de classement)					
	tion consultée autre que la documentation minimale dans la mesure						
Base de données électronsque consultée au cours de la récherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de récherche utilisés)							
C. DOCUM	IENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS						
Catégorie *	Identification des documents cites, avec, le cas échéant, l'indication	n des passages pertinents	no. des revendications visees				
A	US,A,4 408 971 (V.N.KARINSKY ET A Octobre 1983 voir colonne 2, ligne 45 - colonn ligne 11 voir colonne 4, ligne 47 - colonn ligne 68	e 4,	1-10				
A	voir figures 1,2  EP,A,O 161 563 (HITACHI, LTD.) 21 1985 voir abrégé voir page 2, ligne 18 - page 3, l voir page 18, ligne 5 - page 19, voir figure 11	igne 21	1-10				
X Voer	la state du cadre C pour la fin de la liste des documents	X Les documents de familles de brev	rets sont indiqués en annexe				
'A' documer conside  'E' documer ou apre criprionité curre exp  'O' documer une exp  'P' documer postèrie	nt définissant l'état genéral de la technique, non re comme particulierement pertinent ni antérieur, mais publié à la date de dépôt international s'ectte date s'ectte date es cette date es cette date es cette pour determiner la date de publication d'une tabon ou pour une raison speciale (telle qu'indiquète) ni se referant à une davulgation orale, à un usage, à costion ou tous autres moyens est combina aparel la date de depôt unternational, mais la date de depôt universational de la depôt universational de la date de depôt universational de la depôt universational de la date de la date de la depôt universational de la depôt universational de la date de la date de la date de la depôt universational de la	ocument ulterieur publié apres la date de priorité et n'appartenenant par technique pertinent, mais cité pour ou la théorie constituant la base de l'i document particulierement pertinent, l'étre considerée comme nouvelle ou ce inventue par rapport au document document particulierement pertinent, l'et et considerée comme mouvelle ou ce inventue par rapport au document en particulierement pertinent, l'et considerée comme impliq lorsque le document est associe à un cé document de meme nature, cette compour une personne du metter document qui fait partie de la même fu document qui fait partie de la même fu document qui fait partie de la même fu de expedition du present rapport de 2, 2, 04, 96	s à l'état de la maprendre le principe invention revendiquée ne peut imme impliquant une activité insidéré isolément invention revendiquée uant une activité invention revendiquée uant une activité inventive au plusieurs autres banaison étant évidente amille de brevets				
	Avril 1996						
Nom et adres	se postale de l'administration chargee de la recherche internationale Office Europeen des Brevets, P.B. 5818 Patentiaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Face (+31-70) 340-3016	Stevnsborg, N					

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Dem Internationale No PCT/FR 95/01592

		PC1/FR 95/01592					
C.(swe) D	(SWK) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS						
Categorie *	Identification des documents cites, avec, le cas echeant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visces					
A	FR.A.1 521 720 (DIAMOND ALKALI COMPANY) 19 Avril 1968 voir page 1, colonne de gauche, alinéa 1 voir page 2, colonne de droite, dernier alinéa - page 3, colonne de droite, alinéa 1 voir figure 1	1					
	1						

### RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux ...embres de families de brevets

Derr internationale No PCT/FR 95/01592

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication	
US-A-4408971	11-10-83	AUCUN			
EP-A-0161563	21-11-85	JP-A- JP-A- JP-C- JP-B- JP-A- US-A-	60228604 60228605 1696387 3055523 60228609 4610718	13-11-85 13-11-85 28-09-92 23-08-91 13-11-85 09-09-86	
FR-A-1521720	24-07-68	BE-A- CH-A- DE-A- GB-A- NL-A-	697052 477905 1667003 1137029 6705166	16-10-67 15-09-69 03-06-71 16-10-67	
CH-A-281749		AUCUN			